

## PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11)Publication number : 2002-341297

(43)Date of publication of application : 27.11.2002

---

(51)Int.Cl.	G02C	7/10
	G02B	1/04
	G02B	1/10
	G02B	5/23

---

(21)Application number : 2001-143150

(71)Applicant : HOYA CORP

(22)Date of filing : 14.05.2001

(72)Inventor : KADOWAKI SHINICHIRO

---

**(54) PLASTIC PHOTOCHROMIC LENS FOR SPECTACLES AND METHOD OF MANUFACTURING FOR THE SAME****(57)Abstract:**

**PROBLEM TO BE SOLVED:** To provide a photochromic lens having a surface hardened film having a high reaction rate of color developing and color fading and excellent wear resistance and adhesion property and a method of manufacturing for the same.

**SOLUTION:** The method of manufacturing the photochromic lens including a process step of obtaining the lens by polymerization curing of a monomer mixture containing at least the following (1), (2) and (3), a process step of irradiating at least a portion of the surface of the resultant lens with light including UV light of a wavelength region of  $\leq 300$  nm, a process step of applying a composition containing the following (4) and (5) to the lens surface irradiated with the light and a process step of forming the surface hardened film by curing the coated material and the plastic photochromic lens obtained by this manufacturing process: (1) A monofunctional or bifunctional methacrylate monomer of  $\geq 50$  wt.% monomer mixture. (2) A trifunctional or higher methacrylate monomer of  $\geq 1$  to 30 wt.% monomer mixture. (3) One or more kinds of photochromic dyes. (4) An organic silicon compound having an alkoxy group and epoxy group.

---

**LEGAL STATUS**

[Date of request for examination] 12.12.2003

[Date of sending the examiner's decision of rejection]

[Kind of final disposal of application other than the examiner's decision of rejection or application converted registration]

[Date of final disposal for application]

[Patent number]

[Date of registration]

[Number of appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of requesting appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of extinction of right]

Copyright (C); 1998,2003 Japan Patent Office

(19) 日本国特許庁 (J P)

## (12) 公開特許公報 (A)

(11) 特許出願公開番号

特開2002-341297

(P 2 0 0 2 - 3 4 1 2 9 7 A)

(43) 公開日 平成14年11月27日(2002.11.27)

(51) Int. Cl. <sup>7</sup>	識別記号	F I	テーマコード (参考)
G02C 7/10		G02C 7/10	2H006
G02B 1/04		G02B 1/04	2H048
1/10		5/23	2K009
5/23		1/10	Z

審査請求 未請求 請求項の数 3 O L (全 9 頁)

(21) 出願番号	特願2001-143150 (P 2001-143150)	(71) 出願人	000113263 ホーヤ株式会社 東京都新宿区中落合 2 丁目 7 番 5 号
(22) 出願日	平成13年 5 月 14 日 (2001.5.14)	(72) 発明者	門脇 慎一郎 東京都新宿区中落合 2 丁目 7 番 5 号 ホーヤ株式会社内
		(74) 代理人	110000109 特許業務法人特許事務所サイクス (外 2 名)
		F ターム (参考)	2H006 BA01 BE02 BE05 2H048 DA04 DA05 DA09 DA12 DA24 2K009 BB14 CC03 CC09 CC33 CC42 DD02 DD06 DD08 EE00 EE01

(54) 【発明の名称】 眼鏡用プラスチックフォトリソミックレンズ及びその製造方法

(57) 【要約】

【課題】 発退色の反応速度が速く、耐摩耗性及び密着性に優れた表面硬化膜を有するプラスチックフォトリソミックレンズ及びその製造方法を提供すること。

【解決手段】 少なくとも下記(1)、(2)及び(3)を含む単量体混合物を重合硬化してレンズを得る工程、得られたレンズの表面の少なくとも一部に300nm以下の波長領域の紫外線を含む光を照射する工程、前記光を照射したレンズ表面に下記(4)及び(5)を含む組成物を塗布する工程、前記塗布物を硬化させて表面硬化膜とする工程を含むプラスチックフォトリソミックレンズの製造方法及びこの製造方法により得られるプラスチックフォトリソミックレンズ。

(1) 単量体混合物の 5 0 重量%以上の単官能、または、2 官能のメタクリル酸エステル系単量体。

(2) 単量体混合物の 1 ~ 3 0 重量%の 3 官能以上のメタクリル酸エステル系単量体。

(3) 1 種以上のフォトリソミック染料。

(4) アルコキシ基とエポキシ基を有する有機ケイ素化合物

(5) コロイド状金属酸化物

## 【特許請求の範囲】

【請求項1】少なくとも下記(1)、(2)及び(3)を含む単量体混合物を重合硬化してレンズを得る工程、得られたレンズの表面の少なくとも一部に300nm以下の波長領域の紫外線を含む光を照射する工程、前記光を照射したレンズ表面に下記(4)及び(5)を含む組成物を塗布する工程、前記塗布物を硬化させて表面硬化膜とする工程を含むことを特徴とするプラスチックフォトクロミックレンズの製造方法。

- (1) 単量体混合物の50重量%以上の単官能、または、2官能のメタクリル酸エステル系単量体。
- (2) 単量体混合物の1～30重量%の3官能以上のメタクリル酸エステル系単量体。
- (3) 1種以上のフォトクロミック染料。
- (4) アルコキシ基とエポキシ基を有する有機ケイ素化合物
- (5) コロイド状金属酸化物

【請求項2】請求項1記載の製造方法により得られるプラスチックフォトクロミックレンズ。

【請求項3】眼鏡用である請求項2に記載のプラスチックフォトクロミックレンズ。

## 【発明の詳細な説明】

## 【0001】

【発明の属する技術分野】本発明は、発色、退色の速度が速く、耐摩耗性に優れた表面硬化膜を有する眼鏡用プラスチックフォトクロミックレンズ及びその製造方法に関する。

## 【0002】

【従来の技術】近年、非常に多品種の有機フォトクロミック染料が開発され、市販の製品として入手できる染料も増えている。眼鏡用レンズへの応用も、市場のプラスチック化への指向とともに盛んになり、有機フォトクロミック染料を応用したプラスチック製フォトクロミックレンズが眼鏡用として市販されている。これらは明るい屋外で発色して高濃度のカラーレンズと同様な防眩効果を有し、室内に移ると高い透過率を回復するものであるが、反応速度についてはさらに速いものが求められている。特に、十分に発色した状態から発色前の透過率を回復するまでに数十分かかっているのが現状であり、退色時の速度は、1分程度で高い発色濃度に達する発色過程と比較すると非常に遅く、改善が望まれていた。

【0003】発退色の反応速度は分子構造に起因するフォトクロミック染料固有の特性に大きく依存するが、染料の存在する重合体マトリックスにも大きな影響を受けることが知られている。プラスチック製フォトクロミックレンズは、単量体混合物中にフォトクロミック染料を溶解した後、これを注型重合して製造されるのが一般的である。このような単量体としては、メタクリル系単量体が好適に用いられる。しかるに、メタクリル系単量体であっても混合物の組成によりフォトクロミック物性が

大きく変化する。そこで、眼鏡用レンズとして要求される透明性、耐光性、強度、耐熱性、切削研磨加工性等の基本物性を満足する範囲で、単官能、または、2官能単量体と鎖の短い3官能以上の単量体を同時に用いるとより速いフォトクロミック反応速度が得られることが分かった。

【0004】一方、通常眼鏡用プラスチック製レンズにはプラスチック製基材表面に多官能アクリレート、または、メタクリレート系の紫外線硬化被膜、あるいは、シリコーン系、メラミン系の熱硬化被膜による耐摩耗性の付与が行われる。中でも最も一般的になっているのが熱硬化により得られるオルガノポリシロキサン系硬化膜である。この硬化膜は現在眼鏡レンズ用基材樹脂として主流となっているジエチレングリコールビスアシルカーボネート樹脂やポリチオウレタン樹脂との適応性に優れ、かつアルカリ水溶液への浸漬という簡単な前処理で基材樹脂との十分な密着性が得られるため、当業者に広く用いられている。さらに、オルガノポリシロキサン系硬化膜には、膜成分中に金属コロイドが導入されることが多く、これによって耐摩耗性、耐光性等、表面硬化膜としての基本性能は飛躍的に向上する。

【0005】しかし、メタクリル系樹脂製基材の場合、一般的に上述のオルガノポリシロキサン系硬化膜との密着性が得られにくく、金属コロイドの添加は密着性をさらに不安定にする要因となっていた。また、基材樹脂成分として、フォトクロミックレンズの発退色反応速度改善に有効な3官能以上の単量体を導入すると極端な密着性低下が起こることも知られている。このため、3官能以上の単量体を重合成分として用いたメタクリル系基材樹脂と金属コロイドを含む表面硬化膜の組み合わせでは、上述のようなアルカリ水溶液への浸漬だけでは眼鏡レンズに求められる実用的な密着性は得られなかった。

【0006】そこで、上記3官能以上の単量体を重合成分として用いたメタクリル系基材樹脂に上記金属コロイドを含むオルガノポリシロキサン系表面硬化膜を設ける場合の密着性の向上手段として、アルカリ水溶液等の薬品による前処理以外にいくつかの方法が考えられる。例えば、一般的な方法として研磨剤を含ませた布、紙、スポンジ等を基材樹脂にこすり合わせて表面を物理的にエッジングしておく方法、基材樹脂と硬化膜のあいだにポリウレタン等の密着層を設ける方法、基材樹脂をプラズマ処理しておく方法等がある。しかしながら、眼鏡レンズは度数、設計等により極めて多品種あり、研磨剤を含ませた布、紙、スポンジ等を基材樹脂にこすり合わせて表面を物理的にエッジングしておく方法では、これらを均一、かつ、確実に、しかも、大量に処理することが難しく、生産性の面で問題があった。

【0007】また、プラスチックレンズ基材と硬化被膜との間に密着層を設ける方法は、密着層、硬化被膜のそれぞれについて、塗布、乾燥、加熱硬化を行わなければ

ならず、工程が煩雑であり、その間、異物による汚染等の機会が増えるという課題がある。さらに、軟質の密着層上に硬化膜を付与した場合、これを介在しない場合と比べて表面硬度が低下する傾向も避けられなかった。また、基材樹脂をプラズマ処理しておく方法は、その効果が特に基材樹脂組成の影響を受けやすく、3官能以上の単量体を含む組成から成る基材樹脂では密着性の改善効果自体が十分でないという問題があった。

#### 【0008】

【発明が解決しようとする課題】そこで本発明は、上述の従来技術で未解決の課題を解決するためになされたもので、その目的は、3官能以上の単量体を含むメタクリル系樹脂レンズに、高濃度の金属コロイドを含む表面硬化膜であっても十分な密着性を付与し得る手段を提供することにより、発退色の反応速度が速く、耐摩耗性及び密着性に優れた表面硬化膜を有するプラスチックフォトクロミックレンズ及びその製造方法を提供することにある。

#### 【0009】

【課題を解決するための手段】上述した課題は、次に記すレンズの製造方法及びレンズによって解決された。すなわち、本発明は、少なくとも下記(1)、(2)及び(3)を含む単量体混合物を重合硬化してレンズを得る工程、得られたレンズの表面の少なくとも一部に300nm以下の波長領域の紫外線を含む光を照射する工程、前記光を照射したレンズ表面に下記(4)及び(5)を含む組成物を塗布する工程、前記塗布物を硬化させて表面硬化膜とする工程を含むことを特徴とするプラスチックフォトクロミックレンズの製造方法。

- (1) 単量体混合物の50重量%以上の単官能、または、2官能のメタクリル酸エステル系単量体。
- (2) 単量体混合物の1～30重量%の3官能以上のメタクリル酸エステル系単量体。
- (3) 1種以上のフォトクロミック染料。
- (4) アルコキシ基とエポキシ基を有する有機ケイ素化合物
- (5) コロイド状金属酸化物

さらに本発明は、上記本発明の製造方法により得られるプラスチックフォトクロミックレンズ、特に眼鏡用プラスチックフォトクロミックレンズに関する。

【0010】本発明のフォトクロミックレンズの製造には、単量体(1)及び(2)の混合物中にフォトクロミック染料(3)を含有させ、これを重合硬化して樹脂組成物からなるレンズとする工程を含む。単量体としては眼鏡用レンズとしての高い透明性と十分な耐熱性、剛性、切削研磨加工性等が得られ、しかも、フォトクロミック染料の特性を最も有効に出現させることのできるものであることが好ましい。このような単量体としては、主として単官能、または、2官能のメタクリル酸エステル系単量体

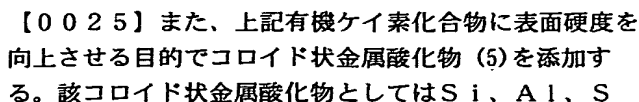
【0011】単官能メタクリル酸エステル系単量体の例としては、例えば、メチルメタクリレート、エチルメタクリレート、*n*-ブチルメタクリレート、エチルヘキシルメタクリレート、グリシジルメタクリレート、ベンジルメタクリレート、フェニルメタクリレート、シクロヘキシルメタクリレート、イソボルニルメタクリレート、アダマンチルメタクリレート等を挙げることができる。

2官能のメタクリル酸エステル系単量体としては、例えば、エチレングリコールジメタクリレート、ジエチレングリコールジメタクリレート、トリエチレングリコールジメタクリレート、テトラエチレングリコールジメタクリレート、トリプロピレングリコールジメタクリレート、1,4-ブタンジオールジメタクリレート、1,6-ヘキサジオールジメタクリレート、グリセリンジメタクリレート、2,2-ビス[4-(メタクリロキシ)フェニル]プロパン、2,2-ビス[4-(メタクリロキシエトキシ)フェニル]プロパン等が挙げられる。

【0012】これらの単量体(1)は眼鏡用レンズとしての高い透明性と十分な耐熱性、剛性、切削研磨加工性等を維持し、しかも、フォトクロミック染料の特性を有効に出現させるための成分であり、単量体混合物中の50重量%以上である。尚、単量体混合物中、単量体(1)は99重量%以下とすることが、本発明の必須成分である単量体(2)との含有量の関係から好ましい。また、これらの単量体は2種以上を混合して用いることもできる。

【0013】一方、主成分である上記単量体に適量の3官能以上のメタクリル酸エステル系単量体を添加すると、これらから成るフォトクロミックレンズの発退色の反応速度が改善する。このような単量体の例としてはトリメチロールプロパントリメタクリレート、トリメチロールエタントリメタクリレート、ペンタエリスリトールトリメタクリレート等を挙げるができる。3官能以上のメタクリル酸エステル系単量体の添加量は1～30重量%の範囲であり、好ましくは3～25重量%の範囲である。3官能以上のメタクリル酸エステル系単量体の添加量が1%未満である場合、及び、30%を超える場合、フォトクロミック反応速度の改善効果は得られない。

【0014】これらの単量体混合物には全体の物性を損なわない範囲でこれと共重合可能な単量体を加えてもよい。これらの共重合可能な単量体としては、メチルアクリレート、エチルアクリレート、*n*-ブチルアクリレート、エチルヘキシルアクリレート、シクロヘキシルアクリレート、ベンジルアクリレート、フェニルアクリレート、イソボルニルアクリレート、エチレングリコールジアクリレート、トリエチレングリコールジアクリレート、1,6-ヘキサジオールジアクリレート、トリメチロールプロパントリアクリレート、ペンタエリスリトールトリアクリレート、2,2-ビス[4-(アクリロキシ)フェニル]プロパン、2,2-ビス[4-(アクリ



n、Sb、Ta、Ce、La、Fe、Zn、W、Zr、In、Tiから選ばれる1種、または、2種以上の金属酸化物の混合物または2種以上の金属酸化物の複合体が挙げられる。

【0026】以下、金属酸化物がシリカ(コロイド状シリカ)の場合を例にとってコーティング組成物についてさらに説明する。コロイド状シリカとしては有機ケイ素化合物の加水分解後になるべく余分な水を残さないようにするため、高濃度の水分散コロイド状シリカ(例えばSiO<sub>2</sub>、固形分40%以上のもの)が好ましく用いられる。平均粒子径は5~100nmの範囲のものが好ましく、更に好ましくは5~30nmである。高濃度のコロイド状シリカを含むオルガノポリシロキサン系コーティング組成物を用いることにより、より耐擦傷性に優れた硬化被膜を得ることができる。従って、本発明で用いるコーティング組成物はコロイド状シリカを高濃度で含むときにその有用性(耐擦傷性)を特に発揮し得る。その意味から本発明においてコーティング組成物中のコロイド状シリカの量はコロイド状シリカと有機ケイ素化合物の全量を基準にして55~90mol% (SiO<sub>2</sub>、固形分換算値)に設定することが好ましく、さらに好ましい範囲は75~90mol%である。但し、金属酸化物がシリカ(コロイド状シリカ)以外の場合もシリカ(コロイド状シリカ)の場合とほぼ同様であるが、最適な分散媒、粒子径、金属酸化物の含有量は一定でない場合があるので適宜最適値に調整することが好ましい。

【0027】コーティング組成物には通常、硬化剤も添加され、硬化剤の例としては、例えば、イミダゾール誘導体、アセチルアセトン金属錯化合物、特にアセチルアセトンアルミニウム錯化合物が効果的である。その添加量はコロイド状シリカと有機ケイ素化合物の加水分解物とを硬化するに足る量、すなわち、コロイド状シリカ(SiO<sub>2</sub>換算)と有機ケイ素化合物の加水分解物の合計1molに対して1~10gの範囲はすることが好ましい。

【0028】なお式(I)の有機ケイ素化合物の加水分解には有機酸が用いられる。これにはギ酸、酢酸、プロピオン酸などが挙げられるが、コーティング組成物の安定性から酢酸を用いることが好ましい。有機酸の添加量はコロイド状シリカと有機ケイ素化合物の全量1molに対して5~30gであることが好ましい。これより少ないとコーティング組成物がゲル化し易くなり、これより多くなると臭気が強くなり作業上好ましくない。

【0029】さらに有機ケイ素化合物の加水分解を均一に、しかもその度合を適度に調節するために、適当な溶媒をコーティング組成物中に加えることが好ましい。このような溶媒としてはメチルセロソルブ、エチルセロソルブ、ブチルセロソルブ等のセロソルブ類が好ましく、イソプロピルアルコール、ブタノール等と組み合わせると更に好ましい。セロソルブの割合は全溶媒量の3重量

%以上であることが好ましく、特に好ましくは10重量%以上である。コロイド状シリカの割合が多い場合、溶媒中のセロソルブの割合が全溶媒量の3重量%未満ではコーティング組成物の調製中にゲル化を生じやすくなる。

【0030】本発明で用いる硬化被膜の原料となるコーティング組成物には塗膜の平滑性を向上させる目的でシリコン系界面活性剤を添加することもできる。更に耐光性の向上、あるいは塗膜の劣化防止の目的で紫外線吸収剤、酸化防止剤等を添加することも可能である。

【0031】コーティング組成物はディッピング法、スピンコート法、ロールコート法、スプレー法等により、上記紫外線照射したプラスチック基材に塗布することができる。塗布されたコーティング組成物の硬化は加熱処理することによって行なわれる。加熱温度は40~150℃が好ましく、特に好ましくは80~130℃である。加熱時間は1~4時間が好ましい。

【0032】上記のようにして得られた硬化被膜の表面上には、プラスチックレンズの反射防止効果を向上させるため、反射防止膜を施すこともできる。反射防止膜は、真空蒸着法、イオンスパッタリング法、イオンプレーティング法などによりSiO<sub>2</sub>、SiO<sub>x</sub>、Si<sub>3</sub>N<sub>4</sub>、TiO<sub>2</sub>、ZrO<sub>2</sub>、Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>、MgF<sub>2</sub>等の誘電体よりなる単層あるいは多層の薄膜を積層することにより形成することができる。反射防止膜により大気との界面の反射を低く抑えることができる。反射防止膜は、単層からなる場合、その光学的膜厚は、 $\lambda_0/4$  ( $\lambda_0=450\sim650\text{nm}$ )であることが好ましい。また光学的膜厚が $\lambda_0/4-\lambda_0/4$ の屈折率の異なる二層膜、光学的膜厚が $\lambda_0/4-\lambda_0/2-\lambda_0/4$ または $\lambda_0/4-\lambda_0/4-\lambda_0/4$ の屈折率の異なる三層膜よりなる多層反射防止膜、あるいは一部等価膜で置き換えた多層コートによる反射防止膜からなるものが有用である。

【0033】本発明の製造方法により得られたプラスチックフォトクロミックレンズは、発退色の反応速度が速いメタクリル系樹脂レンズに耐摩耗性及び密着性に優れた表面硬化膜を有するものである。従って、眼鏡用として、特に有用である。

【0034】

【実施例】以下、実施例により本発明を更に詳しく説明するが、本発明はこれらの実施例のみに限定されるものではない。なお、実施例、及び、比較例中の物性評価の方法は以下の通りである。

【0035】(a) 退色反応速度

厚さ2.0mmの平面レンズをキセノンランプ(1.2mW/cm<sup>2</sup>・UV365)を用いて20℃で5分間発色させてから、退色過程の550nmでの吸収強度が暗所で半分になるまでに要した時間をレンズの退色時半減期として測定した。測定は大塚電子(株)製瞬間マルチ測光システムMCPD-3000で行った。

## 【0036】(b) 表面硬度

スチールウール#0000で付加荷重1000gで50回(往復)表面を摩擦して傷の付きにくさを以下の基準で判定した。

A:ほとんど傷がつかない。

B:極わずかに傷がつく。

C:少し傷がつく。

D:多く傷がつく。

## 【0037】(c) 密着性

硬化膜表面を1mm間隔のゴバン目(10×10個)にカットし、セロハン粘着テープ(ニチバン(株)製No.405)を強くはりつけ、90度方向に急激にはがして残ったゴバン目の数を調べた。

【0038】〔コーティング組成物(A)の調製〕SiO<sub>2</sub>濃度40%のコロイド状シリカ(スノーテックス-40、水分散シリカ、平均粒径10~20μm、日産化学(株)製)240重量部に0.5N塩酸2.0重量部、酢酸20重量部を加えた液を35℃にして攪拌しながらγ-グリシドキシプロピルトリメトキシシラン(3官能有機ケイ素化合物)95重量部を滴下し室温にて8時間攪拌しその後16時間放置した。この加水分解溶液320重量部にメチルセロソルブ80重量部、イソプロピルアルコール120重量部、ブチルアルコール40重量部、アルミニウムアセチルアセトン16重量部、シリコン系界面活性剤0.2重量部、紫外線吸収剤0.1重量部を加えて8時間攪拌後室温にて24時間熟成させコーティング組成物を得た。これをコーティング組成物(A)とする。このときコーティング組成物中のコロイド状シリカの量はコロイド状シリカとγ-グリシドキシプロピルトリメトキシシランの合計量を基準にして80mol%(SiO<sub>2</sub>:固形分換算値)であった。

【0039】〔コーティング組成物(B)の調製〕γ-グリシドキシプロピルトリメトキシシランの量を253重量部としたこと以外はコーティング組成物(A)の調製と同様にしてコーティング組成物(B)を得た。

〔コーティング組成物(C)の調製〕コロイド状シリカに替えてイオン交換水120重量部を用いたこと以外はコーティング組成物(A)の調製と同様にしてコーティング組成物(C)を得た。

【0040】〔実施例1〕単量体組成物としての2,2-ビス[4-(メタクリロキシエトキシ)フェニル]プロパン50重量部、トリエチレングリコールジメタクリレート15重量部、トリメチロールプロパントリメタクリレート15重量部、ベンジルアクリレート10重量部、グリシジルメタクリレート10重量部に重合速度調整剤として2,4-ジフェニル-4-メチル-1-ペンテン1重量部、フォトクロミック染料として(株)トクヤマ製CNN-3を0.05重量部、ラジカル重合開始剤としてt-ブチルパーオキシネオデカネート0.50重量部、離型剤として信越化学(株)製信越シリコンKF

353A 0.0001重量部を加え混合溶解した。この調合液を基材組成(A)とする。これを2枚のガラスモールド及びプラスチック製のガasketからなる型に注入し、型を熱風循環式加熱炉に入れて40℃で12時間加熱し、その後4時間かけて85℃まで昇温し、そのまま2時間加熱して重合を行った。型をはずして得られた重合体は直径75mm、厚さ2.0mm、度数0.00ジオプターの平面レンズをなす透明性の高い樹脂組成物であった。これを更に120℃で2時間加熱してアニーリングを行った。

【0041】次いでこのレンズを低圧水銀灯照射装置であるアイグラフィックス(株)製紫外線改質装置OC-2506(波長185nm及び245nm)を用いて、照射距離30mmで180秒間処理を行った。続いて60℃の10%NaOH水溶液に360秒間浸漬後、洗浄、加熱乾燥させた。冷却後コーティング組成物(A)を10℃でディッピング法(引き上げ速度20cm/分)にて塗布し、これを120℃で90分間加熱硬化させた。こうして得られた表面硬化膜付きレンズは、表面硬度A、膜密着性100/100であり、眼鏡用レンズとして好適に使用できるものであった。

【0042】このレンズをキセノンランプ(1.2mW/cm<sup>2</sup>・UV365)を用いて20℃で発色させながら5分後に分光測定を行った。その後、ランプを消灯し、主波長の吸収強度が発色時の半分になるまでの時間を測定して退色反応速度を表す半減期とした。このときの半減期は95秒であった。

【0043】〔比較例1〕単量体組成物の組成を2,2-ビス[4-(メタクリロキシエトキシ)フェニル]プロパン50重量部、トリエチレングリコールジメタクリレート40重量部、グリシジルメタクリレート10重量部に変更(基材組成(B))した以外〔実施例1〕とまったく同様にして直径75mm、厚さ2.0mm、度数0.00ジオプターの平面レンズをなす透明性の高い表面硬化膜付きレンズを得た。このレンズは、表面硬度A、膜密着性100/100であり、眼鏡用レンズとして好適に使用できるものであった。ただし、〔実施例1〕と同様の測定を行ったところ、退色半減期は125秒で、単量体組成物中に本発明の必須成分である3官能以上のメタクリル酸エステル系単量体を含まないため〔実施例1〕のレンズよりも明らかに反応速度の遅いものであった。

【0044】〔実施例2~10〕単量体組成物中のフォトクロミック染料を表1のように変更した以外〔実施例1〕とまったく同様にして直径75mm、厚さ2.0mm、度数0.00ジオプターの平面レンズをなす透明性の高い表面硬化膜付きレンズを得た。これらのレンズはいずれも、表面硬度A、膜密着性100/100であり、眼鏡用レンズとして好適に使用できるものであった。また、〔実施例1〕と同様の測定を行ったときの、退色半減期は表1の通りであった。

【0045】〔比較例2～10〕単量体組成物中のフォトクロミック染料を表1のように変更した以外〔比較例1〕とまったく同様にして直径7.5mm、厚さ2.0mm、度数0.00ジオプターの平面レンズをなす透明性の高い表面硬化膜付きレンズを得た。これらのレンズはいずれも、表面硬度A、膜密着性100/100であり、眼鏡用レンズとして好適に使用できるものであった。ただし、〔比較例1〕と同様の測定を行ったところ、退色半減期は表

表1

	調光染料	基材組成	前処理	退色半減期	膜硬度	密着性
実施例1	CNN-3	(A)	UV照射あり	95	A	100/100
比較例1		(B)	UV照射あり	125	A	100/100
実施例2	CNN-4	(A)	UV照射あり	225	A	100/100
比較例2		(B)	UV照射あり	300	A	100/100
実施例3	CNN-7	(A)	UV照射あり	35	A	100/100
比較例3		(B)	UV照射あり	55	A	100/100
実施例4	FG-3	(A)	UV照射あり	120	A	100/100
比較例4		(B)	UV照射あり	140	A	100/100
実施例5	CY	(A)	UV照射あり	145	A	100/100
比較例5		(B)	UV照射あり	180	A	100/100
実施例6	FL	(A)	UV照射あり	135	A	100/100
比較例6		(B)	UV照射あり	150	A	100/100
実施例7	RU	(A)	UV照射あり	145	A	100/100
比較例7		(B)	UV照射あり	160	A	100/100
実施例8	BR	(A)	UV照射あり	220	A	100/100
比較例8		(B)	UV照射あり	295	A	100/100
実施例9	OB	(A)	UV照射あり	90	A	100/100
比較例9		(B)	UV照射あり	115	A	100/100
実施例10	ブルーA	(A)	UV照射あり	90	A	100/100
比較例10		(B)	UV照射あり	115	A	100/100

【0047】〔比較例11～20〕紫外線改質装置での処理を行わなかったこと以外〔実施例1～10〕とまったく同様にして、それぞれ直径7.5mm、厚さ2.0mm、度数0.00ジオプターの平面レンズをなす透明性の高い表面硬化膜付きレンズを得た。これらのレンズは表面硬度がAであったが、反応速度を速める目的で膜の密着性を低下させる傾向のある3官能以上のメタクリル酸エステル系単量体を導入し、一方で、本発明の必須要件である300nm以下の紫外線照射処理を行っていないため、膜の密着性はすべて0/100であり、眼鏡用レンズとして好適に使用できるものではなかった。

【0048】〔比較例21～30〕紫外線改質装置での処理を行わず、代わり一般的な膜密着性改善方法であるプラズマ処理を行ったこと以外〔実施例1～10〕とま

1の通りで、単量体組成物中に本発明の必須成分である3官能以上のメタクリル酸エステル系単量体を含まないため、それぞれ同じフォトクロミック染料を用いた〔実施例2～10〕の3官能以上のメタクリル酸エステル系単量体を含むレンズと比べると明らかに反応速度の遅いものであった。

【0046】

【表1】

まったく同様にして、それぞれ直径7.5mm、厚さ2.0mm、度数0.00ジオプターの平面レンズをなす透明性の高い表面硬化膜付きレンズを得た。プラズマ処理はヤマト科学(株)製PR-501Aを用いて酸素0.6Torr雰囲気下、300秒とした。これらのレンズは、表面硬度がAであったが、反応速度を速める目的で膜の密着性を低下させる傾向のある3官能以上のメタクリル酸エステル系単量体を導入し、一方で、本発明の必須要件である300nm以下の紫外線照射処理を行っていないため、膜の密着性はすべて0/100であり、眼鏡用レンズとして好適に使用できるものではなかった。

【0049】

【表2】



表 2

	調光染料	基材組成	前処理	退色半減期	膜硬度	密着性
実施例 1	CNN-3	(A)	UV照射あり	95	A	100/100
比較例 1 1			UV照射なし		A	0/100
比較例 2 1			プラズマ処理		A	0/100
実施例 2	CNN-4	(A)	UV照射あり	225	A	100/100
比較例 1 2			UV照射なし		A	0/100
比較例 2 2			プラズマ処理		A	0/100
実施例 3	CNN-7	(A)	UV照射あり	35	A	100/100
比較例 1 3			UV照射なし		A	0/100
比較例 2 3			プラズマ処理		A	0/100
実施例 4	FG-3	(A)	UV照射あり	120	A	100/100
比較例 1 4			UV照射なし		A	0/100
比較例 2 4			プラズマ処理		A	0/100
実施例 5	CY	(A)	UV照射あり	145	A	100/100
比較例 1 5			UV照射なし		A	0/100
比較例 2 5			プラズマ処理		A	0/100
実施例 6	FL	(A)	UV照射あり	135	A	100/100
比較例 1 6			UV照射なし		A	0/100
比較例 2 6			プラズマ処理		A	0/100
実施例 7	RU	(A)	UV照射あり	145	A	100/100
比較例 1 7			UV照射なし		A	0/100
比較例 2 7			プラズマ処理		A	0/100
実施例 8	BR	(A)	UV照射あり	220	A	100/100
比較例 1 8			UV照射なし		A	0/100
比較例 2 8			プラズマ処理		A	0/100
実施例 9	OB	(A)	UV照射あり	90	A	100/100
比較例 1 9			UV照射なし		A	0/100
比較例 2 9			プラズマ処理		A	0/100
実施例 10	ブルー-A	(A)	UV照射あり	90	A	100/100
比較例 2 0			UV照射なし		A	0/100
比較例 3 0			プラズマ処理		A	0/100

CNN-3、CNN-4、CNN-7、FG-3：(株)トクヤマ製

CY (コーンイエロー)、FL (フレーム)、RU (ルビー)、BR (ベリレー  
ッド)、OB (オックスフォードブルー)：ジェームスロビンソン社製

ブルー-A：グレートレイクス社製

【0050】〔実施例 1 1〕用いるコーティング組成物を (B) に変更した以外は実施例 1 と同様にレンズを作製し、同様の測定を行った。コーティング組成物 (B) はコーティング組成物 (A) よりもコロイド状金属酸化物の量が少ないため、表面硬度が実施例 1 よりも低い  
が、膜密着性は 100/100 で、退色半減期も実施例 1 と同等であり、眼鏡用レンズとして好適に使用できるものであった。

【0051】〔比較例 3 1～3 2〕用いるコーティング組成物、及び、前処理条件を表 3 のように変更した以外  
は実施例 1 と同様にレンズを作製し、同様の測定を行った。コーティング組成物 (B) を用いた場合も、膜の密着性を低下させる傾向のある 3 官能以上のメタクリル酸  
エステル系単量体を導入し、一方で、本発明の必須要件である 300nm 以下の紫外線照射処理を行っていないた

め、膜の密着性は 0/100 であり、眼鏡用レンズとして好適に使用できるものではなかった。

【0052】〔比較例 3 3～3 5〕用いるコーティング組成物、及び、前処理条件を表 3 のように変更した以外は実施例 1 と同様にレンズを作製し、同様の測定を行った。コーティング組成物 (C) を用いると、膜の密着性を低下させる傾向のある 3 官能以上のメタクリル酸  
エステル系単量体を導入していても、紫外線照射処理、及び、プラズマ処理を行ったもので密着性が得られた。しかし、コーティング組成物中に本発明の必須要件であるコロイド状金属酸化物を含んでいないため、表面硬度は C であり、眼鏡用レンズとして好適に使用できるものではなかった。

【0053】

〔表 3〕

表 3

	基材組成	硬化膜	前処理	退色半減期	膜硬度	密着性
実施例 1	(A)	(A)	UV照射あり	95	A	100/100
比較例 11			UV照射なし		A	0/100
比較例 21			プラズマ処理		A	0/100
実施例 11	(A)	(B)	UV照射あり	95	B	100/100
比較例 31			UV照射なし		B	0/100
比較例 32			プラズマ処理		B	0/100
比較例 33	(A)	(C)	UV照射あり	95	C	100/100
比較例 34			UV照射なし		C	0/100
比較例 35			プラズマ処理		C	100/100

【0054】〔実施例 12〕フォトクロミック染料組成を(株)トクヤマ製CNN-7、0.040重量部、CNN-4、0.020重量部、ジェームスロビンソン社製ベリーレッド0.020重量部、(株)トクヤマ製CNN-3を0.005重量部に变化させた以外は実施例 1と同様にしてレンズを作製し、同様に評価を行った。この  
20 レンズは透明性の高い直径75mm、厚さ2.0mm、度数0.00ジオプターの平面レンズで、太陽光で直ちに濃いグレーに発色するものであった。〔実施例 1〕と同様の測定を行った結果、表面硬度A、膜密着性100/100で、眼鏡用レンズとして好適に使用できるものであった。ま

た、退色半減期は95秒で、発色状態から消色状態までの変化も速く、フォトクロミックレンズとしても優れた性能を有していた。

【0055】

【発明の効果】本発明により、3官能以上のメタクリル酸エステル系の単量体を含む基材レンズに、高濃度のコロイド状金属酸化物を含む硬化膜であっても強固に密着させることが可能になった。その結果、発退色の反応速度が速く、しかも、表面硬度が非常に高く、密着性にも優れた表面硬化膜付き眼鏡用プラスチックフォトクロミックレンズを提供することができる。